

**ВОЛИНСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ ЛЕСІ УКРАЇНКИ**

**ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ, ЕКОЛОГІЇ ТА ФАРМАЦІЇ**

**Кафедра хімії та технологій**

**С. І. КОРОЛЬЧУК, Т. І. САВЧУК, Ж. О. КОРМОШ**

**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ. ЧАСТИНА II**

**Методичні вказівки до лабораторних робіт**

Луцьк – 2022

УДК 543.061:543.066: 543.021:543.24

Рекомендовано до друку науково-методичною радою  
Волинського національного університету імені Лесі Українки  
(протокол № 3 від 17 листопада 2022 року)

*Рецензенти: Лавринюк З.В.* – кандидат хімічних наук, доцент кафедри екології та охорони навколишнього середовища ВНУ імені Лесі Українки.

*Шемет В.Я.* – кандидат технічних наук, доцент кафедри матеріалознавства ЛНТУ.

**КОРОЛЬЧУК С. І., САВЧУК Т. І., КОРМОШ Ж. О.**

Аналітична хімія. Частина II. / Корольчук Світлана Іванівна, Савчук Тетяна Іванівна, Кормош Жолт Олександрович - Луцьк : ПП Іванюк В.П., 2022 – 42 с.

Методичні вказівки до лабораторних робіт „ Аналітична хімія. Частина II. ” містять методики виконання до лабораторних робіт, задачі та теоретичні запитання для самопідготовки.

Рекомендовано студентам факультету хімії, екології та фармації спеціальності 226 Фармація, промислова фармація.

УДК 543.061:543.066: 543.021:543.24

## План

Вступ.....	4
Лабораторна робота №1 Фотометричне визначення фосфору.....	5
Лабораторна робота №2 Фотометричне визначення калій хромату.....	7
Лабораторна робота №3 Фотометричне визначення калій перманганату.....	9
Лабораторна робота №4 Визначення Феруму (III) сульфосаліциловою кислотою.....	11
Лабораторна робота №5 Рефрактометричне визначення концентрації розчину натрій хлориду.....	13
Лабораторна робота №6 Титриметричне та рефрактометричне визначення концентрацій кальцій хлориду та калій броміду в сумісній присутності.....	15
Лабораторна робота №7 Потенціометричне визначення бромід-йонів.....	17
Лабораторна робота №8 Визначення хлоридної і борної кислот в розчині при їх сумісній присутності.....	19
Лабораторна робота №9 Окисно-відновне визначення феруму в солі Мора.....	21
Лабораторна робота №10 Визначення коефіцієнтів розподілу цинку і кадмію на катіоніті.....	23
Лабораторна робота №11 Визначення йонів натрію і амонію в розчині з використанням йонообмінної хроматографії.....	25
Лабораторна робота №12 Розділення і ідентифікація катіонів методом радіальної хроматографії.....	27
Задачі для самопідготовки.....	29
Питання для самопідготовки.....	40

## Вступ

Навчальна дисципліна “Аналітична хімія” є фундаментальною хімічною дисципліною, яка вивчається студентами вищих навчальних закладів фармацевтичного профілю України і є складовою частиною державного стандарту освіти.

Дисципліна спрямована на вивчення теоретичних основ аналітичної хімії та оволодіння сучасними інструментальними методами аналізу, які характеризуються високою швидкістю виконання та чутливістю. Знання, які отримують студенти у процесі вивчення аналітичної хімії, є теоретичною та практичною базою для вивчення профільних дисциплін на старших курсах.

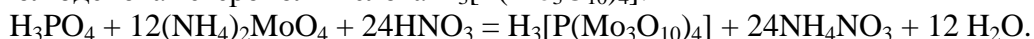
Метою викладання навчальної дисципліни є формування уявлень про теоретичні основи аналітичної хімії, основи метрології, пробовідбору, які безпосередньо використовуються для методик визначень речовин інструментальними методами хімічного аналізу.

Завдання навчальної дисципліни: засвоїти теоретичні основи аналітичної хімії; засвоїти якісні реакції виявлення катіонів та аніонів; засвоїти принцип та методи титриметричного аналізу; засвоїти принцип гравіметричного аналізу; засвоїти принцип оптичних методів аналізу; засвоїти принцип електрохімічних методів аналізу; засвоїти принцип хроматографічних методів аналізу.

## Лабораторна робота № 1

### Фотометричне визначення фосфору

Фотометричне визначення фосфору ґрунтується на властивості фосфатів утворювати гетерополікислоти. У результаті взаємодії ортофосфатів з амонієм молібдатом у кислому середовищі з рН 0,8-0,95 утворюється забарвлена в жовтий колір фосфорномолібденова гетерополікислота  $H_3[P(Mo_3O_{10})_4]$ :



При дії відновника, наприклад натрій сульфїту, молібден (VI) у гетерополікислоті відновлюється. Внаслідок цього утворюється сполука синього кольору – так звана “молібденова синь”.

**Методика визначення.** Для побудови градуювального графіка у мірні колби на 50,0 мл відбирають аліквоти стандартного розчину, що відповідають вмісту фосфору: 10 мкг; 20 мкг; 30 мкг; 40 мкг; 50 мкг та 60 мкг, додають по 20 мл дистильованої води, по 5,0 мл 5% розчину молібдату амонію і, при енергійному перемішуванні, по краплинах - по 2,0 мл 10% розчину солі Мора. Об'єм кожного розчину доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і через 10-15 хв на фоні нульового розчину вимірюють оптичну густину А кожного розчину ( $l=5\text{см}$ ,  $\lambda=710\text{ нм}$ ) на фотоколориметрі ФЕК (див. паспорт до приладу).

Для визначення Фосфору в контрольному розчині розводять його до 100,0 мл та відбирають в мірну колбу на 50,0 мл аліквоту об'ємом 10,0 мл. Після цього додають 20 мл дистильованої води, 5,0 мл 5% розчину молібденового реагенту, 2,0 мл 10% розчину солі Мора і об'єм доводять до мітки дистильованою водою, розчин перемішують і через 10-15 хв вимірюють оптичну густину розчину за тих самих умов, що і для стандартних розчинів.

Визначення проводять в трьох паралельних пробах. Результати вимірювань записують у таблицю:

Параметр	Стандартні розчини						Досліджуваний розчин		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
$m(P)$ , мкг									
$V_{\text{ст. р-ну}}$ , мл									
$A_1$									
$A_2$									
$A_3$									
$A_{\text{сер.}}$									

За результатами вимірювань будують градуювальний графік в координатах  $A=f(m)$ , де  $m$  – маса Фосфору (мкг) та розраховують масу фосфору в контрольному розчині. Обчислюють відносну похибку визначення.

---

---

---

---

---

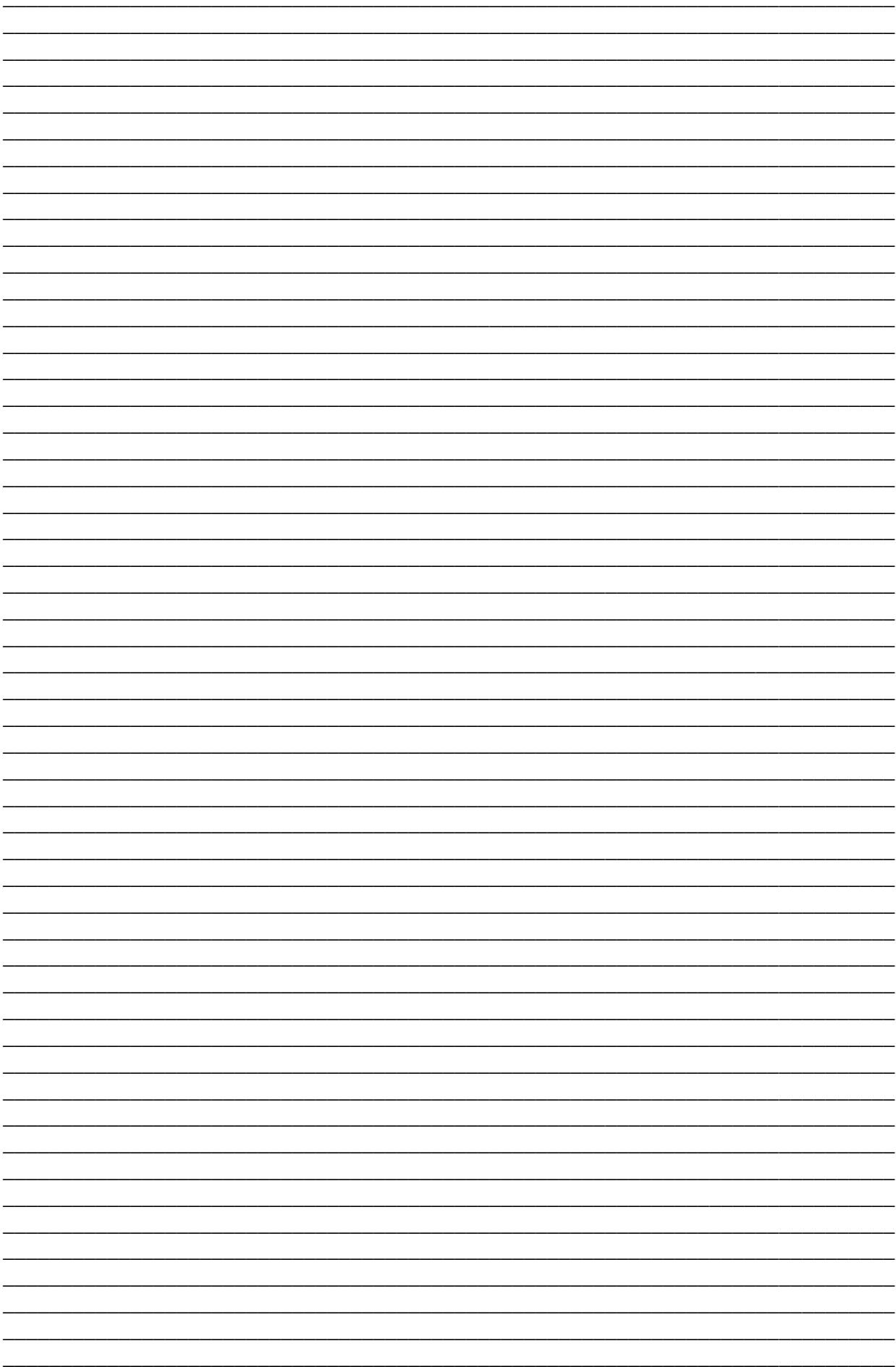
---

---

---









---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

### Лабораторна робота №3

#### Фотометричне визначення калій перманганату

Визначення концентрації ґрунтується на поглинанні світла розчином калій дихромату, який має власне поглинання.

**Методика визначення.** Для приготування стандартних розчинів  $\text{KMnO}_4$  у мірні колби на 50,0 мл відбирають 5,0; 6,0; 7,0; 8,0; 9,0; 10,0 мл 0,001 М розчину  $\text{KMnO}_4$ , додають по 20 мл дистильованої води і по 5,0 мл 1,0 М розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Об'єм розчинів доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і вимірюють оптичну густину розчину ( $l=3\text{см}$ ) при  $\lambda=540\text{ нм}$  на фотоколориметрі ФЕК (див. паспорт до приладу) на фоні нульового розчину. Результати досліджень записують в таблицю.

Таблиця.

Результати фотометричного дослідження розчинів калій перманганату

	Стандартні розчини						Досл. розчин
	1	2	3	4	5	6	
V(ст. р-ну), мл							
$A_1$							
$A_2$							
$A_3$							
$A_{\text{сер.}}$							

За отриманими результатами будують градувальний графік  $A = f(V_{\text{KMnO}_4})$

Для аналізу контрольного розчину розводять його до 100,0 мл дистильованою водою та відбирають в колбу на 50,0 мл аліквоту 10,0 мл; додають 5,0 мл 1,0 М розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і доводять дистильованою водою до мітки. Перемішують і вимірюють оптичну густину.

Розраховують концентрацію  $\text{KMnO}_4$  (моль/л) в контрольній задачі. Обчислюють відносну похибку визначення.

Ruled page with horizontal lines for writing.





---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

## Лабораторна робота № 5

### Рефрактометричне визначення концентрації розчину натрій хлориду

**Методика визначення.** Для побудови калібрувального графіка  $n_D^{20} = f(C)$  беруть відповідні аліквоти стандартного розчину і готують серію розчинів концентрації 1; 2; 3; 4 і 5 г/100 мл в колбах ємністю 25,00 мл. Розчини довести до мітки дистильованою водою, ретельно перемішати і залишити на 15-20 хв для гомогенізації. Аліквоту контрольного розчину одержують у викладача, доводять до об'єму 25,00 мл дистильованою водою, ретельно перемішують.

При підготовці рефрактометра до роботи включають прилад, на поверхню нижньої призми наносять, не торкаючись піпеткою скла, 2-3 краплі дистильованої води, закривають верхню призму і вимірюють граничний кут заломлення, який чисельно відповідає показнику заломлення при даній температурі ( $n_D^{20} = 1.3330$ ). У випадку великої розбіжності між температурою в приміщенні і  $20^\circ\text{C}$ , до вимірюваного значення вносять відповідні корективи (табличні дані про залежність показника заломлення від температури). Якщо границя світла і тіні нечітка, має кольорове забарвлення або показник заломлення не відповідає контрольному значенню, то старанно промивають поверхні скла приладу дистильованою водою, спиртом, настроюють прилад згідно з інструкцією і знову вимірюють показник заломлення дистильованої води, доки не одержують відповідне значення. Для побудови калібрувального графіка проводять 2-3 вимірювання показника заломлення для кожної концентрації, знаходять середнє значення, наносять на міліметровий папір, будують градувальний графік, а також знаходять експериментальну залежність  $n_D^{20} = f(C_{\text{NaCl}})$ .

Результати досліджень записують в таблицю.

Таблиця

Результати рефрактометричного дослідження розчинів натрій хлориду

	1	2	3	4	5	дослідж. розчин
$C_{(\text{ст.р-ну})}$						
$n_D^{20} 1$						
$n_D^{20} 2$						
$n_D^{20} 3$						
$n_D^{20} \text{сер.}$						

Аналогічно вимірюють значення показника заломлення контрольного досліджуваного розчину, за калібрувальним графіком знаходять відповідну концентрацію і розраховують масу NaCl; обчислюють абсолютну та відносну похибки експерименту відносно істинного значення.



---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

**Лабораторна робота № 6**

**Титриметричне та рефрактометричне визначення концентрацій кальцій хлориду та калій броміду в сумісній присутності**

Рефрактометричний метод аналізу багатокомпонентних сумішей, компоненти яких не реагують між собою, ґрунтується на адитивності величин показників заломлення усіх компонентів суміші.

Концентрації всіх інгредієнтів визначають незалежними методами, крім одного, найбільш важко досліджуваного, концентрацію якого обчислюють з допомогою даних рефрактометричного аналізу за формулою:

$$\omega_2, \% = \frac{n - n_0 \cdot F_1 \omega_1}{F_2}$$

де n – показник заломлення розчину,

n<sub>0</sub> – показник заломлення розчинника,

F<sub>1</sub> і F<sub>2</sub> – фактори показників заломлення першого компонента кальцій хлориду (0,00118) і другого компонента – калій броміду (0,00120).

У досліджуваній суміші, концентрацію кальцій хлориду ω<sub>1</sub> визначають комплексометричним титруванням, калій броміду ω<sub>2</sub> – рефрактометричним методом.

**Методика визначення.** Отриманий досліджуваний розчин доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. У колбу для титрування відбирають 10 мл досліджуваного розчину, додають 5 мл аміачного буферного розчину і декілька кристаликів індикатора еріохрому чорного Т і титрують 0,1 М розчином трилону Б до переходу забарвлення з винно-червоного до синього. Титрування проводять тричі і обраховують концентрацію г/100 мл СаСl<sub>2</sub>.

**Визначення КВr.** Вимірюють показник заломлення води n<sub>0</sub>, потім показник заломлення досліджуваного розчину – n і обраховують концентрацію КВr за наведеним вище рівнянням.

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---









---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

### Лабораторна робота № 8

#### Визначення хлоридної і борної кислот в розчині при їх сумісній присутності

Борну кислоту, як відомо, не можна відтитрувати кислотно-основним методом внаслідок малої константи дисоціації ( $pK_{(H_3BO_3)}=9,24$ ). Однак її визначення стає можливим, якщо до розчину після завершення титрування хлоридною кислотою додати гліцерин або інший багатоатомний спирт, при взаємодії яких з борною кислотою утворюється більш сильні комплексні кислоти (гліцерин-борна та ін.)

**Методика визначення.** Отриманий розчин контрольної задачі розводять до мітки дистильованою водою і перемішують. Відбирають аликвоту 10,0 мл досліджуваного розчину, переносять в стакан для титрування, додають 20,0 мл дистильованої води, занурюють в розчин скляний та хлорсрібний електроди, вмикають мішалку і проводять орієнтовне титрування, додаючи 0,100 н. розчин NaOH порціями по 0,5 мл. По відхиленню стрілки на шкалі йоніміру визначають перший скачок титрування, який відповідає завершенню титрування хлоридної кислоти.

Потім піднімають електроди з розчину, додають в стакан 10 мл гліцерину і перемішують до повного розчинення.

Занурюють електроди в розчин і продовжують титрувати до виявлення другого скачка титрування, який відповідає завершенню титрування гліцерин-борної кислоти.

У тих самих умовах виконують точне титрування нової порції досліджуваного розчину, але при цьому додають титрант по 0,1 мл.

Результати вимірювань записують в таблицю:

№п/п	Об'єм NaOH, мл	pH
1		
2		
3		
4		
5		
6		
...		

За результатами титрування будують криву потенціометричного титрування у координатах  $pH=f(V)$ . За графіком визначають точки еквівалентності. Перший стрибок титрування ( $V_1$ ) відповідає вмісту хлоридної кислоти в досліджуваному розчині, який розраховують за формулами:

$$N_{HCl} = \frac{N_{NaOH} V_{(1)NaOH}}{V_{HCl}} \quad \text{Розраховують вміст хлоридної кислоти в досліджуваній пробі:}$$

$$m = N_{HCl} \cdot V_{к.з.} \cdot M_{HCl}, \quad \text{де } V_{к.з.} \text{—об'єм контрольної задачі, л}$$

Другий стрибок титрування ( $V_2$ ) відповідає сумарному вмісту хлоридної та борної кислот, що дозволяє розрахувати вміст борної кислоти в досліджуваному розчині за формулами:













---

---

---

---

---

---

---

---

---

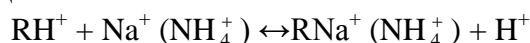
---

---

## Лабораторна робота № 11

### Визначення йонів натрію і амонію в розчині з використанням йонообмінної хроматографії

При пропусканні розчину, що містить йони натрію та амонію, через катіоніт у  $H^+$  - формі проходить реакція:



В результаті в розчині, який виходить із колонки, замість йонів  $Na^+$  та  $NH_4^+$  буде міститися еквівалентна кількість іонів  $H^+$ , які можна відтитрувати розчином лугу.

#### 1. Визначення сумарної кількості $Na^+$ і $NH_4^+$ .

Хроматографічну колонку висотою 25 см заповнюють катіонітом марки КУ-2 в  $H^+$ -формі, промивають дистильованою водою до рН = 5 в елюаті за універсальним індикатором. Опускають рівень води у колонці до 0,5-1,0 см над рівнем сорбенту.

У викладача одержують аліквоту контрольного розчину, який містить  $Na^+$  і  $NH_4^+$ , доводять об'єм дистильованою водою до 100,00 мл. Відбирають аліквоту 10,00 мл і пропускають через колонку з швидкістю не більше 1,5-2,0 мл/хв. Елюат збирають у мірну колбу на 100,00 мл, куди пізніше додають промивний розчин з колонки, який одержують триразовим промиванням колонки дистильованою водою (по 10 мл) до рН 5. Одержаний таким способом елюат доводять до об'єму 100,00 мл. Відбирають три аліквоти 10,00 мл і титрують 0,01 н розчином NaOH. За середнім значенням об'єму титранту розраховують сумарну концентрацію  $H^+$ , яка відповідає сумарній концентрації  $Na^+$  і  $NH_4^+$ .

#### 2. Визначення $NH_4^+$ .

Для кількісного визначення  $NH_4^+$  використовують фотоколориметричну реакцію з реактивом Несслера. До аліквоти 1,00 мл контрольного розчину додають 0,50 мл реактиву Несслера та доводять дистильованою водою до 50,00 мл.

Для побудови калібрувального графіка готують серію розчинів у мірних колбах об'ємом 50,00 мл з концентрацією  $NH_4^+$ : 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 мг/л, додають по 0,50 мл реактиву Неслера.

Нульовий, стандартні та досліджувані розчини фотометрують на фотоколориметрі КФК-2МП з використанням синього світлофільтра (340 нм) при товщині оптичного шару 5,0 см. За значеннями оптичної густини будують калібрувальний графік, визначають концентрацію  $NH_4^+$ .

Для розрахунку вмісту  $Na^+$  від загального вмісту  $Na^+$  і  $NH_4^+$  віднімають концентрацію  $NH_4^+$ . Обчислюють масу  $Na^+$  і  $NH_4^+$  (мг), яка була видана для аналізу, а також абсолютні та відносні похибки експерименту.

---

---

---



## Лабораторна робота №12

### Розділення і ідентифікація катіонів методом радіальної хроматографії

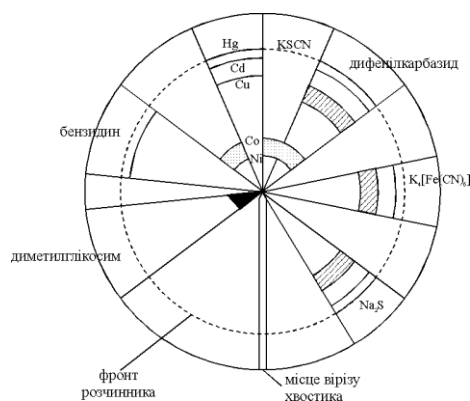
Радіальна хроматографія на папері є простим і ефективним засобом ідентифікації іонів у багатокомпонентних сумішах. Знаючи  $R_f$  для відповідної системи розчинників і характерне забарвлення плям, можна ідентифікувати катіони.

Метод радіальної хроматографії може бути використаний для розділення суміші катіонів  $Al^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Hg^{2+}$ . Результат ідентифікації іонів залежить від вибіркості й чутливості реагентів, що використовуються для проявлення хроматограми. Звичайно, використовують реагенти які утворюють із відповідними іонами забарвленні чи флуоресціюючі сполуки (таблиця 1).

Таблиця 1

Деякі реагенти для проявлення елементів на хроматограмі

Елемент	Реагент	Колір зони
Al	Алізарин, пари аміаку	Рожевий
Ni	Диметилглюксим, пари аміаку	Червоний
Co	Калій роданід, насичений розчин	Синій
Cu (II)	Калій гексаціаноферат (II)	Буро-червоний
Pb	Калій йодид	Жовтий
Zn	Дитизон в $CCl_4$	Червоний
Cd	Натрій сульфат	Жовтий
Fe (III)	Калій гексаціаноферат (II)	Синій
Bi	Суміш 8-оксхіноліну і калій йодиду	Оранжевий



**Рис. 1** Радіальна хроматограма

**Методика визначення.** Радіальну хроматограму отримують в камері, яка



---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

**Задачі для самопідготовки**

**Фотометричний аналіз**

1. При спектрофотометричному визначенні  $Ca^{2+}$  у вигляді комплексної сполуки з комплексомом III оптична густина розчину, що містить 0,022 мг  $Ca^{2+}$  в 50,0 мл органічного розчинника дорівнює  $A = 0,326$ . Виміри проводилися в кюветі з товщиною поглинального шару  $l = 5$  см при певних умовах. Обрахувати значення молярного коефіцієнту світлопоглинання.
2. Коефіцієнт молярного світлопоглинання комплексної сполуки Алюмінію з алізарином дорівнює  $1,6 \cdot 10^4$  при довжині хвилі 485 нм. Яку кювету необхідно вибрати для фотометрування, щоб оптична густина розчину була 0,3 при вмісті Алюмінію  $10^{-5}$  моль/л.
3. Наважку *n*-нітроаніліну масою 0,0325 г розчинили в метанолі в мірній колбі ємністю 50 мл. Аліквоту отриманого розчину 1 мл розвели метанолом до 100 мл. Оптична густина цього розчину при довжині хвилі 368 нм складає 0,804 в кюветі 1 см. Обрахувати значення молярного коефіцієнту світлопоглинання.
4. У зразку легованої сталі масою 1,0 г міститься Манган. Після окиснення Мангану до манганатної кислоти і розведення отриманого розчину до 500 мл поглинання при довжині хвилі 540 нм в кюветі товщиною шару 2,0 см дорівнює 0,68. Визначити відсотковий вміст Мангану у сталі, якщо  $\epsilon = 3000$ .
5. При фотометруванні розчину сульфосаліцилатного комплексу феруму отримали оптичну густина 0,29. Розчин порівняння містив 0,0576 г Fe в 50 мл при  $l = 5$  см. Визначити концентрацію Феруму в розчині, якщо відомо, що  $\epsilon = 3000$ .
6. До аліквоти 25 мл розчину, що містить 4,5 мкг/мл Fe(III), додали надлишок KSCN і довели розчин до мітки. Яка оптична густина отриманого розчину, якщо  $l = 2$  см,  $\epsilon = 5500$ .
7. Для побудови калібрувального графіка при визначенні Купруму в розчині на однопроменевому фотометрі були отримані такі дані:

Вміст купруму, мг/л	0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,75
Покази гальванометра	82,0	74,5	67,0	49,5	32,5	16,5

- Побудувати калібрувальний графік у системі координат: відхилення гальванометра — концентрація Купруму і визначити вміст Купруму в досліджуваному розчині, якщо відхилення гальванометра складає 45.5 поділок.
8. Для визначення Фосфору в сталі за синім забарвленням відновленого фосфорномолібденового комплексу на фотометрі були отримані такі дані для стандартних зразків сталі:

Вміст фосфору, %	0,011	0,024	0,031	0,040	0,055
Покази фотометра	48	29	19	12	5

- Визначити вміст Фосфору в досліджуваному зразку (в %), якщо покази за шкалою діафрагми складають 24 поділки.
- Обчислити молярний коефіцієнт поглинання Купруму, якщо оптична густина розчину, який містить 0,24 г Купруму в 250,00 мл, при товщині шару кювети 2 см рівна 0,14.

### Люмінесцентний аналіз

- Інтенсивність люмінесценції досліджуваного розчину Алюмінію в 8-оксихіноліні складає 0,99 умовних одиниць. Визначити концентрацію Алюмінію в цьому розчині (мкг/мл), якщо інтенсивність стандартного розчину, який містить 5 мкг в 1 мл, в тих же умова складає 0,45 умовних одиниць.
- Інтенсивність люмінесценції розчину 0,15 г Селену складає 0,25 умовних одиниць. Після додавання стандартного розчину, який містить 50 мкг Галію, інтенсивність люмінесценції збільшилась до 0,75 умовних одиниць. Визначити вміст Галію в Селені ( у %), якщо інтенсивність люмінесценції нульового розчину рівна 0,05 умовних одиниць.
- Під час аналізу стічних вод на вміст Берилію пробу об'ємом 100,0 мл випарили до 1,0 мл і додали розчину ацетатного буферу і дибензоілметану. Після введення в розчин ізоамілового спирту відділили органічну фазу і зняли спектр фосфоресценції отриманого комплексу Берилію при температурі рідкого азоту. Паралельно приготували таку ж пробу з введенням 0,2 мкг Берилію і зняли спектр її фосфоресценції; виміряли висоту піків для обох проб  $h_x = 60$  і  $h_{Be} = 100$ . Обчислити концентрацію Берилію в досліджуваному розчині (мкг/мл).
- Дві наважки  $\text{SiHCl}_3$  масою по 10,00 г, в одну з яких ввели 0,01 мкг  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , розклали фтороводновою кислотою, додали розчин родаміну 6Ж і бензен. Інтенсивність флуоресценції бензольних екстрактів виміряли по відношенню до нульового розчину, який містить всі компоненти, крім танталу  $I_x=12$ , а  $I_{x+\Delta} = 18$ . Обчисліть масову частку (%) Танталу в  $\text{SiHCl}_3$ .
- Під час визначення Плюмбуму в хлоридній кислоті  $V = 0,2$  мл досліджуваного розчину ( $\rho = 1,19$  г/мл) заморозили рідким азотом, далі записали збудження люмінесценції  $I_x = 20$  під час розмороження розчину. Аналогічно записали збудження люмінесценції досліджуваного розчину з додаванням 0,40 мл розчину Плюмбуму, що містить 0,02 мкг Pb/мл  $I_{x+\Delta} = 40$ . Розрахуйте масову частку (%) Плюмбуму в досліджуваному розчині.
- Для визначення рибофламіну (вітамін  $\text{B}_2$ ) методом добавок наважку харчового продукту масою 0,200 г розчинили і після відповідної обробки виміряли інтенсивність люмінесценції отриманого розчину:  $I_x=30$ . Після додавання стандартного розчину, який містить 40 мкг вітаміну  $\text{B}_2$ , інтенсивність люмінесценції збільшилась до  $I_{x+\Delta} = 80$ . Визначити масову частку вітаміну  $\text{B}_2$  в продукті.
- Наважку  $\text{SiO}_2$  масою 2,356 г розклали фтороводновою кислотою, додали розчин родаміну 6Ж і бензен. Інтенсивність флуоресценції екстракту вимірювали по відношенню до нульового розчину  $I=28$ . Для побудови калібрувального графіка брали стандартні розчини і знімали інтенсивність флуоресценції і отримали наступні дані:

Маса $Ta_2O_5$ , мкг	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Інтенсивність	4	8	16	24	33	41

Обрахувати масову частку Танталу в  $SiO_2$ .

8. Різні об'єми стандартного розчину з концентрацією купруму 1мг/мл обробили розчином люмогаліону, розвели до 100 мл і виміряли інтенсивність люмінесценції. Були отримані наступні результати:

Об'єм розчину, мл	2	4	6	8	10
Інтенсивність	22	37	51	65	79

Наважку 1 г металу, який містить сліди Купруму розчинили в кислоті і розвели розчин водою до 10 мл. Із 1 мл цього розчину отримали 25 мл розчину, інтенсивність якого складала 43 умовних одиниці. Визначити вміст Купруму в металі (у %).

9. Для люмінесцентного визначення Алюмінію в латуні наважку масою 0,1 г після відповідної обробки перевели в розчин і довели водою до 500 мл. 10 мл отриманого розчину перенесли в колбу на 100 мл додали розчин кислотного синьо-чорного і довели об'єм до мітки. Інтенсивність отриманого розчину склала 72 одиниці. Інтенсивність чотирьох стандартних розчинів, які містять в 100 мл 10,0; 20,0; 30,0 та 40,0 мг Алюмінію рівна 0,60; 0,82; 1,04 та 1,26 відповідно. Побудувати градувальний графік та визначити вміст Алюмінію в латуні.
10. Наважку руди 0,15 г розчинили і після відповідної обробки розвели водою до 100 мл. Інтенсивність люмінесценції склала 60 умовних одиниць. Після додавання до 20 мл цього розчину 5 мкг Урану інтенсивність люмінесценції збільшилась до 110 умовних одиниць. Визначити вміст Урану в руді.

### Рефрактометрія

1. Визначити концентрацію KI (%), якщо  $n=1,3450$ ,  $F=0,00130$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.
2. Визначити концентрацію розчину глюкози (%), якщо відомо, що показник заломлення цього розчину дорівнює 1,3557,  $F=0,00160$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.
3. Визначити концентрацію розчину аскорбінової кислоти (%), якщо відомо, що показник заломлення цього розчину дорівнює 1,3346,  $F=0,00142$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.
4. Визначити концентрацію розчину кальцій хлориду (%), якщо відомо, що показник заломлення цього розчину дорівнює 1,33025,  $F=0,00115$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.
5. Визначити концентрацію розчину форматної кислоти (%), якщо відомо, що показник заломлення цього розчину дорівнює 1,3375,  $F=0,000614$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.
6. Визначити концентрацію досліджуваного розчину (%), якщо відомо, що показник заломлення цього розчину дорівнює 1,3385,  $F=0,00114$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.
7. Визначити концентрацію досліджуваного розчину (%), якщо відомо, що показник заломлення цього розчину дорівнює 1,3378,  $F=0,00118$ , а показник заломлення розчинника дорівнює 1,3330.

8. Для визначення складу водних розчинів пропілового спирту були визначені показники заломлення стандартних розчинів, наведених нижче:

Вміст пропанолу, %	0	10	20	30	40
Показник заломлення	1,3333	1,3431	1,3523	1,3591	1,3652

Побудувати калібрувальний графік і визначити вміст пропілового спирту в досліджуваному розчині, якщо показник заломлення для нього становить 1,3470.

9. Для визначення складу водних розчинів пропілового спирту були визначені показники заломлення стандартних розчинів, наведених нижче:

Вміст пропанолу, %	0	10	20	30	40
Показник заломлення	1,3333	1,3431	1,3523	1,3591	1,3652

Побудувати калібрувальний графік і визначити вміст пропілового спирту в досліджуваному розчині, якщо показник заломлення для нього становить 1,3615.

10. Для побудови калібрувального графіка при визначенні вмісту пропілового спирту у воді були отримані такі дані по шкалі рефрактометра:

Вміст спирту, %	0	5	10	15	20	25	30
Покази рефрактометра	7,7	9,9	12,1	17,8	23,8	31,0	42,5

Побудувати калібрувальний графік і визначити вміст пропілового спирту в розчині, якщо показ за шкалою рефрактометра 11,8 поділок.

### Інші оптичні методи аналізу

1. З наважки  $Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$  масою 0,3260 г приготували 100,0 мл розчину. В мірні колби ємністю 50,0 мл помістили по  $V$  (мл) отриманого розчину, додали стабілізуючий колоїд і сульфатну кислоту для утворення  $PbSO_4$ , довели до мітки дистильованою водою і виміряли оптичну густину:

$V$ , мл	2,00	4,00	6,00	8,00	10,00
$A$	0,65	0,40	0,32	0,27	0,22

Пробу об'ємом 50,0 мл досліджуваної проби розвели до 200,0 мл і 10,0 мл отриманого розчину відібрали такі ж кількості стандартних розчинів. Визначити концентрацію (г/л) Плюмбуму у воді, якщо оптична густина розчину 0,53.

2. Для визначення Калію методом градувального графіка приготували серію стандартних розчинів  $KCl$  і провели їх фотометрію полум'я. Результати фотометрування:

$C_K$ , мг/л	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
$I$	12	23	50	71	92	122

Наважку зразку солі 0,2548 г розчинили в 100,0 мл дистильованої води. Аліквоту розчину 10,0 мл помістили в колбу ємністю 250,0 мл і довели до мітки дистильованою водою. Отриманий розчин фотометрували при тих же умовах, що і стандартні, відлік складав 82. Побудувати градувальний графік і визначити вміст Калію в зразку.

3. Для визначення  $Sr$  (II) в зразку методом фототурбідиметричного титрування наважку 0,5369 г досліджуваного розчину помістили в колбу ємністю 100,0 мл і довели до мітки водою. Відібрали аліквоту 15,0 мл, додали необхідні реагенти і



відтитрували 0,05 М  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Побудувати криву титрування і визначити масову частку Sr (II) (%) в зразку за наступними результатами:

$V_{((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4)}$ , мл	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5	6,5	7,5
A	0,3	0,4	0,5	0,6	1,1	1,7	2,2

4. При турбідиметричному визначенні  $\text{Mg}^{2+}$  в мірну колбу ємністю 50,0 мл помістили 0,1997 г  $\text{MgCl}_2$  і довели до мітки водою. Для побудови градувального графіка відібрали,  $V_n$  цього розчину, які після додавання стабілізуючого колоїду і необхідних реагентів довели водою до 100,0 мл, а потім виміряли оптичну густину

$V_n$ , мл	2	4	6	8
A	0,25	0,35	0,45	0,56

Наважку природного об'єкту масою 35,0269 г обробили, перенесли в мірну колбу ємністю 1 л. Аліквоту 10,0 мл досліджуваного розчину розвели водою до 250,0 мл, потім 5,00 мл цього розчину перенесли в колбу ємністю 100,0 мл і приготували в ній суспензію. Значення оптичної густини данного розчину  $A_x=0,38$ . Визначити концентрацію (г/л) і масову частку (%)  $\text{Mg}^{2+}$  в досліджуваному розчині.

5. Наважку досліджуваної солі 5,0 г розчинили в 250,0 мл води і 5,0 мл цього розчину після відповідної обробки та отримання суспензії аргентум хлориду розвели водою до 50,0 мл. Інтенсивність світла, розсіяного суспензією, порівнювали на нефелометрі з інтенсивністю світла, розсіяного стандартом. Стандартний розчин приготували розчиненням 0,25 г чистого калій хлориду в 1,00 л води. Після обробки 7,50 мл стандартного розчину з метою отримання суспензії аргентум хлориду її розвели водою до 50,0 мл. Інтенсивність світла, розсіяного стандартним розчином, виявилась рівною 0,68, а для досліджуваного розчину  $I_d$ . Визначити вміст Хлору в досліджуваній солі (в %).

Задача	2	3	4	5	6
$I_d$	0,42	0,60	0,58	0,62	0,70

6. Наважку скла масою 0,1000 г розчинили в суміші  $\text{H}_2\text{SO}_4$  та HF, розчин випарували до вологих солей, додали 2 н HCl і довели об'єм до 250,00 мл. Зі стандартного розчину NaCl приготували розчини різної відомої концентрації для побудови калібрувального графіка. Результати фотометрування на полуменовому спектрофотометрі представлені у таблиці:

Параметр	Стандартні розчини			Досліджуваний зразок
	1	2	3	
$C_{\text{Na}}$ , мг/л	10,0	20,0	30,0	24,0
$I_{\text{відн.}}$	16,0	31,5	47,5	

Побудувати калібрувальний графік і визначити масову частку (%) натрію в зразку.

7. Наважку добрива масою 2 г прокип'ятили у насиченому розчині амоній оксалату. Суспензію охолодили, осад відфільтрували, промили дистильованою водою, довели об'єм фільтрату до 500,00 мл. Аліквоту 5,00 мл розбавили водою до 250,00 мл. Досліджуваний розчин фотометрували у полум'ї, як і стандартні розчини KCl. Результати досліджень подані у таблиці:

Параметр	Стандартні розчини			Досліджуваний зразок
	1	2	3	
$C_K$ , мг/л	5,0	10,0	15,0	12,7
$I_{\text{відн.}}$	8,0	15,0	24,2	

Побудувати калібрувальний графік і визначити вміст Калію у масових відсотках у досліджуваному розчині.

8. Аліквоту річкової води 25.00 мл довели дистильованою водою до 250.00 мл, фотометрували в полум'ї, як і стандартні розчини, приготовані з  $\text{CaCl}_2$ . Результати подані в таблиці:

Параметр	Стандартні розчини				Досліджуваний зразок
	1	2	3	4	
$C_{\text{Ca}}$ , мг/л	10,0	30,0	50,0	70,0	32,0
$I_{\text{відн.}}$	16,0	47,6	80,2	111,2	

Побудувати калібрувальний графік і визначити вміст Каліцію у масових відсотках у досліджуваному розчині.

9. При нефелометричному визначенні Цинку для побудови градуовального графіка в мірні колби ємністю 50 мл внесли 18,0; 14,0; 10,0; 6,0; 2,0 мл стандартного розчину цинку, що містить 5 мг/мл Zn, що приготували із суспензії  $\text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$  і виміряли оптичні густини:

Об'єм станд. розчину, мл	18,0	14,0	10,0	6,0	2,0
Оптична густина	0,18	0,22	0,33	0,54	0,90

Досліджуваний розчин 25 мл помістили в мірну колбу на 50 мл і приготували в ній суспензію. Оптична густина отриманого розчину 0,42. Визначити вміст Цинку в досліджуваному зразку в г/л.

### Атомно-емісійний спектральний аналіз

1. При визначенні вмісту Мангану в сталі за методом трьох еталонів на мікрофотометрі було виміряно почорніння ліній гомологічної пари  $I_{\text{Fe}} = 293,690\text{нм}$ ;  $I_{\text{Mn}} = 293,306\text{нм}$ . Визначити масову частку (%) Мангану в сталі за такими даними:

Параметр	Еталон			Досліджуваний зразок
	1	2	3	
w(Mn), %	0,33	0,89	3,03	?
$S_{\text{Fe}}$	1,33	1,24	1,14	1,08
$S_{\text{Mn}}$	0,95	1,06	1,20	0,96

2. Визначити масову частку Хрому у сталі, якщо при фотометруванні за методом трьох еталонів були одержані такі результати:

Параметр	Еталон			Досліджуваний зразок
	1	2	3	
w(Cr), %	0,50	1,23	4,17	?
$S_{\text{Cr}}$	0,07	0,29	0,86	0,73
$S_{\text{Fe}}$	0,27	0,15	0,27	0,33

3. Визначити масову частку міді в алюмінії, якщо при фотометруванні за методом трьох еталонів було отримано такі результати:

Параметр	Еталон			Досліджуваний зразок
	1	2	3	
w(Cu), %	0,25	0,8	1,21	?
$S_{\text{Cu}}$	0,25	0,54	0,61	0,41
$S_{\text{Al}}$	0,42	0,44	0,41	0,45

4. При визначенні Мангану в бронзі  $\Delta S = 0$  відповідна концентрація  $C_{\text{Mn}}^{\circ} = 1,77\%$ , а для еталону з концентрацією  $C_1 = 0,83\%$   $\Delta S_1 = -0,54$ . Побудувати графік і визначити процентний вміст Мангану в досліджуваному зразку, якщо  $\Delta S_x = -0,33$ .

- При визначенні Стануму в бронзі  $\Delta S=0$  відповідна концентрація  $C^{\circ}_{Sn} = 10,2\%$ , а для еталону з концентрацією  $C_1 = 5,2\%$   $\Delta S_1 = -0,52$ . Побудувати графік і визначити процентний вміст Стануму в досліджуваному зразку, якщо  $\Delta S_x = -0,28$ .
- При визначенні Магнію в алюмінієвому сплаві  $\Delta S=0$  відповідна концентрація  $C^{\circ}_{Mg} = 0,57\%$ , а для еталону з концентрацією  $C_1 = 0,97\%$   $\Delta S_1 = 0,27$ . Побудувати графік і визначити процентний вміст Магнію в досліджуваному зразку, якщо  $\Delta S_x = 0,19$ .
- При визначенні Феруму в алюмінієвому сплаві  $\Delta S=0$  відповідна концентрація  $C^{\circ}_{Fe} = 0,23\%$ , а для еталону з концентрацією  $C_1 = 0,54\%$   $\Delta S_1 = 0,60$ . Побудувати графік і визначити процентний вміст Феруму в досліджуваному зразку, якщо  $\Delta S_x = 0,32$ .
- При визначенні Сіліцію в алюмінієвому сплаві  $\Delta S=0$  відповідна концентрація  $C^{\circ}_{Si} = 1,70\%$ , а для еталону з концентрацією  $C_1 = 0,72\%$   $\Delta S_1 = -0,48$ . Побудувати графік і визначити процентний вміст Сіліцію в досліджуваному зразку, якщо  $\Delta S_x = -0,24$ .
- Визначте процентний вміст Ванадію в сталі, якщо при фотометруванні отримали наступні дані:

Еталон	I	II	III
$C_v, \%$	0,11	0,97	2,79
$S_v$	0,228	1,015	1,328
$S_{Fe}$	0,608	0,662	0,575

Досліджуваний зразок має  $S_v = 1,190$  та  $S_{Fe} = 0,640$ .

### Потенціометричний аналіз

- Потенціал мідного електроду в розчині солі міді виміряний відносно стандартного водневого електроду рівний 0,327 В. Розрахувати рівноважну концентрацію іонів  $Cu^{2+}$  в розчині. Стандартній окисно-відновний потенціал пари  $Cu^{2+}/Cu$  складає 0,337 В.
- При градуюванні скляного електроду в буферних розчинах одержано такі значення ЕРС 0,2735 В при рН = 4,01; 0,1057 В при рН = 6,86. Чому дорівнює рН розчину, якщо в ньому виміряно значення ЕРС 0,2997 В?
- Для визначення фторид-іонів приготували серію стандартних розчинів і виміряли потенціали фторид-селективного електроду відносно аргентумхлоридного електроду порівняння. Використовуючи отримані дані побудувати графік
 

$C_F, \text{ моль/л}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-1}$
$E, \text{ мВ}$	330	275	225	170	120

 За градуювальник графіком визначити концентрацію фторид-іонів (г/л) в досліджуваному зразку, якщо 15 мл досліджуваного розчину помістили в колбу ємністю 100,0 мл і довели об'єм до мітки фоновим розчином. Потенціал фторид-селективного електроду в отриманому розчині складає 195 мВ.
- Обрахувати потенціал мідного електроду, який помістили в розчин купрум нітрату відносно насиченого хлорсрібного електроду, якщо в 150 мл розчину міститься 24,2 г  $Cu(NO_3)_2 \cdot H_2O$
- Розрахувати концентрацію  $NH_4VO_3$  в досліджуваному розчині, якщо при потенціометричному титруванні 20,0 мл розчину  $NH_4VO_3$  0,1 н розчином  $FeSO_4$  були отримані наступні результати:

V(мл)	10,0	13,0	13,5	14,0	14,5	15,0	15,5	16,0
E(мВ)	730	700	680	650	550	500	480	470

6. Для визначення ацетатної і хлоридної кислот в суміші 5 мл досліджуваного розчину помістили в стакан для титрування і відтитрували потенціометрично 0,05 н розчином КОН. Використовуючі наступні дані
- |       |      |     |      |      |     |      |     |      |      |     |     |      |      |      |
|-------|------|-----|------|------|-----|------|-----|------|------|-----|-----|------|------|------|
| V, мл | 0,2  | 0,4 | 0,6  | 0,8  | 1,0 | 1,2  | 1,4 | 1,6  | 1,8  | 2,0 | 2,2 | 2,4  | 2,6  | 2,8  |
| pH    | 2,35 | 2,4 | 2,45 | 2,55 | 2,9 | 3,55 | 4,8 | 4,95 | 5,45 | 6,2 | 9,4 | 11,1 | 11,3 | 11,5 |
- Побудувати криву титрування і визначити концентрації кислот (моль/л) в досліджуваному розчині.
7. Обрахувати потенціал алюмінієвого електроду, який занурений в розчин, що містить 27 г  $AlCl_3$  в 200 мл розчину, відносно скляного водневого електроду.
8. ЕРС гальванічного елементу з платинового електроду в розчині, що містить  $Ce(III)$  і  $Ce(IV)$ , і насичений аргентумхлоридний електрод дорівнює 1,331 В. Яке співвідношення  $Ce(III)/Ce(IV)$  в розчині?
9. В стандартних розчинах солі Калію були виміряні електродні потенціали калійселективного електрода щодо аргентум-хлоридного:

$C_{K^+}$ , моль/л	$1,0 \cdot 10^{-1}$	$1,0 \cdot 10^{-2}$	$1,0 \cdot 10^{-3}$	$1,0 \cdot 10^{-4}$
E, мВ	100	46,0	-7,00	-60,0

Обчислити масову частку Калію у зразку масою 0,2 г, який розчинили у воді і довели об'єм до 100 мл, якщо  $E = 60,0$  мВ.

10. Побудувати криві титрування в координатах  $E-V$ ,  $pH-V$  і  $\Delta E/\Delta V-V$  і визначити концентрацію метиламіну, якщо при титруванні 20,0 мл досліджуваного розчину 0,2 н розчином  $HCl$  отримані наступні дані:
- |       |      |      |      |      |      |      |      |      |      |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| V(мл) | 10,0 | 12,0 | 14,0 | 14,5 | 14,9 | 15,0 | 15,1 | 15,5 | 16,0 |
| E(мВ) | 605  | 586  | 554  | 538  | 488  | 342  | 188  | 148  | 130  |
| pH    | 10,4 | 10,2 | 9,6  | 9,3  | 8,4  | 5,9  | 3,2  | 2,6  | 2,3  |

### Вольтамперометрія

1. Визначити вміст (г)  $Fe^{2+}$  в наважці досліджуваної речовини, якщо після проведення амперометричного титрування розчином 0,01 н  $K_2Cr_2O_7$  з титром по  $Fe^{2+}$   $2,8 \cdot 10^{-4}$  г/мл отримали наступні результати:
- |                       |      |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| $V_{K_2Cr_2O_7}$ , мл | 0,00 | 0,20 | 0,30 | 0,40 | 0,50 | 0,60 | 0,70 | 0,80 |
| I, мкА                |      | 120  | 80   | 60   | 40   | 20   | 10   | 10   |
2. Після відповідної обробки чотирьох стандартних розчинів харчової сировини на предмет вмісту хрому, зняли полярограми і отримали наступні результати:
- |              |      |      |      |      |
|--------------|------|------|------|------|
| $\omega$ , % | 0,30 | 0,42 | 0,96 | 1,40 |
| h, мм        | 8,0  | 10,0 | 20,0 | 28,0 |
- Побудуйте градувальний графік і визначте вміст Хрому в досліджуваному зразку, якщо його полярографічна хвиля рівна 22,0 мм.
3. Для визначення Купруму в харчовій сировині наважку масою 0,1000 г розчинили і після відповідної обробки довели до 50 мл. При знятті полярограми отриманого розчину висота хвилі стала рівною 18 мм. При полярографуванні стандартних розчинів Купруму отримали наступні результати:
- |                        |     |      |      |      |
|------------------------|-----|------|------|------|
| $c \cdot 10^{-3}$ г/мл | 0,5 | 1,0  | 1,5  | 2,0  |
| h, мм                  | 0,5 | 0,15 | 0,25 | 0,35 |

Побудуйте градувальний графік та визначте вміст Купруму в досліджуваному розчині.

4. Визначте концентрацію Цинку (мг/л) в досліджуваному розчині, якщо при амперометричному титруванні 10,0 мл розчину стандартним розчином  $K_3[Fe(CN)_6]$  з титром по цинку 0,002440 г/мл отримали наступні результати:

V, мл	0,2	0,4	0,5	1,0	1,5	2,0
I, мкА	30	31	40	94	146	200

5. В методі класичної полярографії при визначенні вмісту Цинку були отримані наступні дані: граничний дифузний струм  $I_d = 8$  мкА, час життя ртутної краплі 3 секунди, коефіцієнт дифузії  $D = 8 \cdot 10^{-6}$  см<sup>2</sup>·сек<sup>-1</sup>, маса ртуті, яка витікає з капіляра за секунду 20 мг. Розрахувати концентрацію Цинку в розчині.

6. При полярографуванні стандартних розчинів Cu(II) отримали наступні результати:

$C_{Cu^{2+}} \cdot 10^{-3}$ , г/мл	0,5	1,0	1,5	2,0
h, мм		9,0	17,5	26,2 35,0

Наважку латуні масою 0,1200 г розчинили і розчин розвели водою до 50,0 мл. Обрахувати масову долю Купруму в латуні, якщо висота хвилі рівна 23,0 мм.

7. При полярографуванні стандартних розчинів Плюмбуму (II) отримали такі результати:

$C(Pb^{2+}) \cdot 10^{-6}$ , г/мл	0,5	1,0	1,5	2,0
h, мм	4,0	8,0	12,0	16,0

Наважку алюмінієвого сплаву масою 5,134 г розчинили і розчин розвели до 50,00 мл. Висота полярографічної хвилі Плюмбуму в одержаному розчині виявилась рівною 9,0 мм. Знайти масову частку (%) Плюмбуму в досліджуваному зразку.

8. Визначити концентрацію Кадмію (мг/л) в розчині якщо при амперометричному титруванні 25,0 мл цього розчину розчином  $K_4[Fe(CN)_6]/Cd$  з титром по цинку 0,00358 г/мл отримали наступні результати:

V, мл	0,0	0,2	0,4	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
I, мкА	75	75	75	75	120	165	210	255	300

9. Визначити титр розчину Плюмбуму, якщо при амперометричному титруванні 10 мл робочим розчином калій сульфату з концентрацією 0,06117 моль/л при  $E = 1,0$  В отримали наступні дані:

об'єм титранту, мл	0	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
сила струму, мкА	260	198	137	75	43	42

### Кулонометричний та кондуктометричний аналізи

1. Наважку сплаву масою 0,4571 г розчинили і через отриманий розчин на протязі 520 хвилин пропустили струм 400 мА, в результаті чого на катоді виділився Купрум. Визначити масову частку Купруму в сплаві, якщо вихід за струмом 90 %.
2. Розчин калію біхромату стандартизували титруванням іонами  $Fe^{2+}$ , регенеруючи кулонометрично з  $Fe(III)$ . На титрування затрачено 5 хвилин при силі струму 20 мА. Розрахувати масу Хрому в розчині.
3. Яку силу струму потрібно підтримувати під час електролізу, щоб виділився весь Купрум з 1 л 0,02 н розчину за 10 хвилин ? Вихід за струмом 100 % і конкуруючі реакції відсутні.

- На повне відновлення Цинку в кулонометрії потрібно 26 хв при силі струму 100 мА. Визначити вміст (г) і концентрацію (моль/л) Цинку в розчині, якщо на кулонометричний аналіз було взято 10 мл розчину.
- Наважку сплаву масою 0,8456 г розчинили шляхом електролізу при силі струму 0,2 А за 20 хвилин виділили повністю Кадмій на катоді. Обрахувати масову частку Кадмію в сплаві.
- Під час кулонометричного титрування проби  $\text{Ce}^{4+}$  об'ємом 5,00 мл електрогенеруючими іонами  $\text{Fe}(\text{II})$  при силі струму 24,0 мА затратили 100 секунд. Визначити вміст (г/л)  $\text{Ce}^{4+}$  в досліджуваному розчині.
- При кулонометричному контролі розчину, що містить іони трьохвалентного металу при силі струму 1,0 А затрачено 15 хвилин. В ході аналізу маса катоду збільшилась на 0,6497 г. Який метал міститься в досліджуваному розчині, якщо вихід за струмом 100%?
- При титруванні йодид-іонів використовували іони  $\text{MnO}_4^-$ , які генерувалися в анодному просторі кулонометричної чарунки в сульфатнокислому середовищі. Точку еквівалентності встановили потенціометрично. Обрахувати масу (мг) йоду в розчині, якщо титрування продовжувалося 272 секунди при силі струму  $I = 18,0$  мА.
- При титруванні 50,00 мл суміші  $\text{NaOH}$  і  $\text{NH}_3$  0,01 М  $\text{HCl}$  отримали наступні дані

V(HCl), мл	0	1,00	2,00	3,00	4,00	5,00	6,00	7,00	8,00	9,00	10,0
$\chi$ , $\text{Om}^{-1} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{mоль}^{-1}$	6,3	5,41	4,52	3,62	3,71	4,79	5,85	6,93	9,00	12,08	15,13

Побудувати криву титрування і визначити концентрацію  $\text{NaOH}$  та  $\text{NH}_3$  в досліджуваному розчині (г/л). Перша точка еквівалентності відповідає відтитрованому розчину  $\text{NaOH}$ , а друга – суміші.

- При кондуктометричному титруванні калій сульфату 1,2 М розчином барій ацетату знайдена наступна залежність:

$V_{\text{титранту}}$ , мл	0,5	1	2	3	4	5
$\kappa$ , $\text{Om}^{-1}$	4,00	3,21	1,85	1,15	2,50	3,56

Побудувати графік і визначити кількість моль калій сульфату.

### Хроматографічний аналіз

- При хроматографуванні розчинів глюкози та лактози були отримані відповідні відстані від стартової лінії до центру плями кожного з них: 4,6 см та 2,3 см відповідно, а відстань від стартової лінії до лінії фронту розчинника 10 см. Визначити  $R_f$  для кожного з цукрі.
- При хроматографуванні розчинів фруктози та сахарози були отримані відповідні відстані від стартової лінії до центру плями кожного з них: 6,0 см та 4,3 см відповідно, а відстань від стартової лінії до лінії фронту розчинника 12 см. Визначити  $R_f$  для кожного з цукрі.
- При хроматографуванні розчинів фенобарбіталу та бугадіону були отримані відповідні відстані від стартової лінії до центру плями кожного з них: 7,0 см та 6,1 см відповідно, а відстань від стартової лінії до лінії фронту розчинника 10 см. Визначити  $R_f$  для кожного з цукрі.
- Значення  $R_f$  при хроматографічному розділенні на папері становлять:  $\text{Cd}^{2+}=0,6$ ;  $\text{Zn}^{2+}=0,6$ ;  $\text{Co}^{2+}=0,1$ ;  $\text{Bi}^{3+}=0,5$ ;  $\text{Al}^{3+}=0,1$ .
- Для визначення діоксифенілметану в харчових продуктах використовували метод ТШХ. Для стандартних зразків отримали наступні значення:

С діоксифенілметану, мкг/0,02мл	5	10	15	35
------------------------------------	---	----	----	----

Площа плями, мм <sup>2</sup>	8,0	3,0	16,0	27,0
------------------------------	-----	-----	------	------

Наважку овочів масою 250 г обробили спиртом, який потім випарували до 5,00 мл. Потім 0,02 мл його хроматографували методом ТШХ і отримали пляму площею 26,55 мм<sup>2</sup>. Визначити концентрацію диоксидифенілметану в овочах (мг/кг).

6. При визначенні харчового барвника методом ТШХ були отримані наступні результати:

m, мг	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
S, мм <sup>2</sup>	17	36	48	66	83

Для 0,02 мл досліджуваного розчину була отримана пляма площею 38 мм<sup>2</sup>. Визначити концентрацію досліджуваного розчину в (мг/мл).

7. Для визначення Ніколу у феритах методом паперової хроматографії на папері, насиченому водним розчином диметилглюксиму, були одержані такі площі плям:

C, мг/0,20 мл	0,12	0,45	0,90	1,20	1,65
S, мм <sup>2</sup>	26,0	44,0	66,5	83,	105,0

При аналізі фериту наважку 500,0 мг розчинили в кислотах, довели дистильованою водою об'єм розчину до 25,0 мл. Піпеткою на хроматографічний папір нанесли 0,20 мл досліджуваного розчину і після хроматографічного поділу одержали пляму площею 52,5 мм<sup>2</sup>. Визначити вміст Ніколу у фериті (мас. %).

8. Для визначення дибутилфталату (ДБФ) в харчових продуктах використали метод ТШХ. При дослідженні стандартних зразків були одержані такі площі плям:

C <sub>ДБФ</sub> , мкг/0,03 мл	2,5	5	7,5	17,5
S, мм <sup>2</sup>	6,87	10,89	13,71	23,44

Наважку досліджуваного зразка масою 100 г обробили етиловим спиртом, потім отриманий екстракт випарили до 10,0 мл. 0,03 мл отриманого розчину використали для проведення аналізу метод ТШХ і отримали пляму площею 12,58 м<sup>2</sup>. Визначити вміст ДБФ в капусті (мг/кг).

9. При визначенні адипінової кислоти в продукті гідрокарбоксілювані бутадієну методом паперової хроматографії плями, проявлені метиловим червоним, вирізали, висушили і зважили. Для штучних сумішей при різному вмісті адипінової кислоти були отримані наступні дані:

вміст кислоти, мкг	5	10	15	20	25
маса паперу з плямою, мг	78	123	154	172	194

Наважку досліджуваного продукту масою 100 мг розчинили в 100 мл води, а для хроматографування взяли 0,02 мл, отримали масу плями 150 мг. Визначити вміст адипінової кислоти в досліджуваному продукті.

## Питання для самопідготовки

### *Фотометричний метод аналізу*

1. Загальна характеристика та класифікація фізико-хімічних методів аналізу.
2. Вимоги до методів аналізу та їх метрологічні характеристики.
3. Фотометричний аналіз. Основа методу.
4. Основний закон світлопоглинання. Відхилення від основного закону світлопоглинання, фізичні та хімічні.
5. Методи кількісного фотометричного аналізу.
6. Екстракційно-фотометричні методи.
7. Загальна оцінка оптичних методів аналізу, межі застосування.

### *Турбідиметричний та нефелометричний методи аналізу*

1. Турбідиметрія та нефелометрія. Основний закон розсіювання світла (рівняння Релея).
2. Залежність інтенсивності розсіяного світла від розміру часток дисперсної фази, довжини хвилі світла, яке розсіюється, концентрації розчину.
3. Молярний коефіцієнт мутності та умови його сталості.
4. Технологічні заходи, які використовують у турбідиметричному та нефелометричному методах аналізу для одержання однакового розміру дисперсної фази.

### *Люмінесцентний метод аналізу*

1. Люмінесцентний метод аналізу. Принцип методу.
2. Механізм люмінесцентного випромінювання.
3. Класифікація люмінесценції по типу джерела збудження і по механізму виникнення.
4. Основні закони та правила люмінесценції. Закон Вавілова, Стокса-Ломеля, правило дзеркальної симетрії Левшина.
5. Залежність інтенсивності люмінесценції від концентрації речовини.
6. Гасіння люмінесценції.
7. Якісний та кількісний люмінесцентний аналіз.

### *Атомно-абсорбційний аналіз*

1. Атомно-абсорбційний аналіз. Принцип методу.
2. Закономірності поглинання світла атомами. Причини відхилення від основного закону Бугера-Ламберта–Бера.
3. Основні джерела атомізації. Джерела випромінювання.
4. Лампи з порожнистим катодом.
5. Вплив різних факторів на величину аналітичного сигналу сигналу в ААС. Застосування методу.

### *Рефрактометричний метод аналізу*

1. Що таке рефракція?



2. Показник заломлення, його фізичний зміст. Абсолютний та відносний показник заломлення.
3. Залежність показника заломлення від різних факторів.
4. Основа рефрактометрії, переваги та недоліки.
5. Застосування рефрактометрії в якісному та кількісному аналізі, його значення у фармацевтичному аналізі.

#### *Поляриметричний метод аналізу*

1. Основа поляриметричного методу аналізу.
2. Яке світло називають поляризованим і що таке площина поляризації?
3. Оптично активні речовини, природа оптичної активності.
4. Напрямок обертання площини поляризації, кут обертання, його залежність від різних факторів.
5. Питоме обертання площини поляризації.
6. Застосування рефрактометрії в якісному та кількісному аналізі, його значення у фармацевтичному аналізі.

#### *Потенціометричний метод аналізу*

1. Потенціометрія. Теоретичні основи методу.
2. Індикаторні електроди та електроди порівняння.
3. Електроди першого та другого родів.
4. Іонселективні електроди.
5. Залежність електродного потенціалу від концентрації досліджуваного іону, температури, іонної сили розчину, конкуруючих реакцій.
6. Потенціометричне титрування. Стрибок потенціалу титрування, вплив різних факторів на його величину.

#### *Вольтамперометрія*

1. Вольтамперометрія. Теоретичні основи методу.
2. Краплинний ртутний електрод, його переваги.
3. Принципова схема полярографічної установки.
4. Загальна характеристика вольт-амперної кривої. Потенціал півхвилі.
5. Рівняння Ільковича. Якісний та кількісний полярографічний аналіз.
6. Природа виникнення полярографічних максимумів

#### *Кулонометричний метод аналізу*

1. Електроліз та кулонометрія. Теоретичні основи методу.
2. Закони електролізу. Потенціал розкладу та перенапруги.
3. Основи кулонометричного аналізу.
4. Пряма кулонометрія (потенціостатична та амперостатична).
5. Кулонометричне титрування.
6. Методи фіксування кінцевої точки титрування.

#### *Кондуктометричний метод аналізу*

1. Кондуктометрія. Теоретичні основи методу.
2. Питома та еквівалентна електропровідність, методи їх вимірювання.
3. Застосування прямої кондуктометрії.
4. Кондуктометричне титрування. Криві кондуктометричного титрування.
5. Застосування кондуктометрії.

#### *Хроматографічний метод аналізу*

1. Загальні основи хроматографічного розділення.

2. Класифікація хроматографічних методів.
3. Якісний та кількісний хроматографічний аналіз.
4. Газова хроматографія. Особливості хроматографування в умовах газової хроматографії.
5. Техніка експерименту колонкової та площинної хроматографії.
6. Високоєфективна рідинна хроматографія (ВЕРХ): характеристики нерухомих фаз, основні конструкційні вузли рідинного хроматографа.
7. Іонообмінна хроматографія, механізм та особливості розділення.

Навчально-методичне видання

**Автори: Корольчук Світлана Іванівна, Савчук Тетяна Іванівна,  
Кормош Жолт Олександрович**

**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ. ЧАСТИНА II**

*методичні рекомендації  
для лабораторних робіт*

Друкується в авторській редакції